

501,220

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



12 JUL 2004

(43) Date de la publication internationale
17 juillet 2003 (17.07.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 03/057354 A1

- (51) Classification internationale des brevets : **B01F 7/16**, 15/00, 7/32, 3/08
- (21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR03/00073
- (22) Date de dépôt international :
10 janvier 2003 (10.01.2003)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :
02/00306 11 janvier 2002 (11.01.2002) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **ATO-FINA** [FR/FR]; 4/8, cours Michelet, F-92800 Puteaux (FR).
- (72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **CUZIN, Daniel** [FR/FR]; 13, la Mare Griseau, F-78750 Mareil-Marly (FR). **BARONI, Marc** [FR/FR]; 33, rue Proudhon, F-75012 Paris (FR).
- (74) Mandataire : **POCHART, François**; Cabinet Hirsch-Pochart, 34, rue de Bassano, F-75008 Paris (FR).

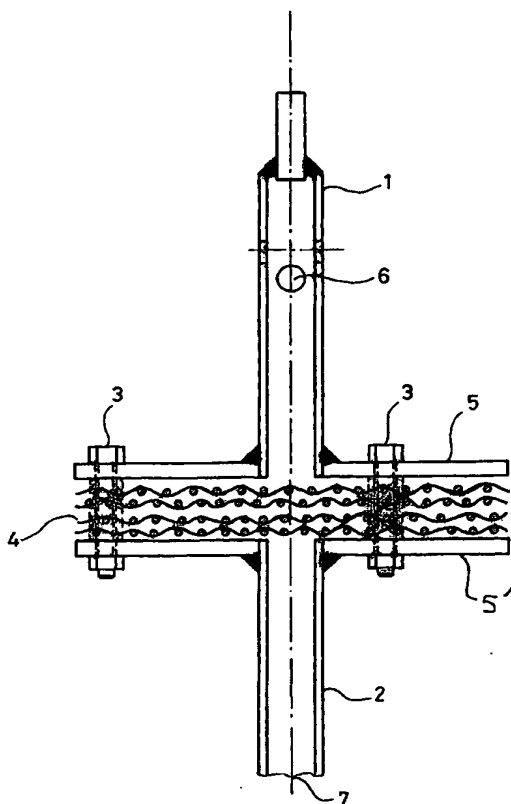
[Suite sur la page suivante]

(54) Title: SHAKING DEVICE AND METHOD, PARTICULARLY FOR DISPERSING OR EMULSIFYING TWO IMMISCIBLE FLUIDS

(54) Titre : DISPOSITIF ET PROCÉDE D'AGITATION EN PARTICULIER POUR LA DISPERSION OU L'EMULSIFICATION DE DEUX LIQUIDES NON MISCIBLES

(57) Abstract: The invention relates to a rotating shaking device comprising a mixing element operating according to the principle of a static mixer. The inventive mixing element is radially fixed on a hollow axle (1, 2) and has a cavity filled by a lining. Said cavity communicates with the interior space of the hollow axle and the fluid medium to be shaken. The invention also relates to a shaking method for which said device is used.

(57) Abrégé : L'invention concerne un dispositif d'agitation rotatif comprenant un élément de mélange fonctionnant selon le principe du mélangeur statique, fixé radialement sur un axe creux (1,2), cet élément de mélange comportant une cavité occupée par un garnissage, la dite cavité communiquant d'une part avec l'espace intérieur de l'axe creux, d'autre part avec le milieu fluide à agiter. L'invention concerne aussi un procédé d'agitation faisant emploi de ce dispositif.



WO 03/057354 A1



(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR),

brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- avec rapport de recherche internationale
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

DISPOSITIF ET PROCEDE D'AGITATION EN PARTICULIER
POUR LA DISPERSION OU L'EMULSIFICATION
DE DEUX LIQUIDES NON MISCIBLES

5

L'invention concerne un dispositif et un procédé d'agitation, en particulier appliqué à la dispersion ou l'émulsion de deux liquides non miscibles.

On connaît les agitateurs rotatifs comprenant un ou plusieurs mobiles fixés sur un arbre. Le cisaillement, la turbulence et la circulation que l'agitateur introduit dans le liquide à mélanger dépendent alors notamment des caractéristiques du mobile, en particulier de sa géométrie.

Pour la dispersion ou l'émulsification de liquides non miscibles, il est important que l'agitateur impartisse un fort cisaillement.

Des exemples de tels agitateurs sont les mélangeurs à rotor et stator. Des dispositifs de ce genre sont commercialisés par Rayneri sous la marque Ultramix et par IKA sous la marque Ultra Turrax. Le rotor, par exemple une turbine, est monté à l'intérieur d'une pièce fixe, le stator. Le déplacement relatif du rotor par rapport au stator engendre alors des forces de cisaillement qui provoquent la dispersion ou l'émulsification des liquides.

On connaît aussi par le document "Development of self-inducing disperser for gas/liquid and liquid/liquid systems", Second European Conference on Mixing, 30th March-1st April 1977, une technique de mélange basée sur le cisaillement induit par la force centrifuge à laquelle est soumis le fluide, lié à l'effet Venturi résultant du dessin particulier du mobile d'agitation .

Par ailleurs, on connaît également des mélangeurs statiques dans lesquels le flux de liquide traverse successivement une série d'éléments de mélange fixes qui dévient et divisent le flux. L'efficacité de l'appareil est liée à la géométrie des éléments de mélange et à leur nombre.

Cependant, les deux types de dispositifs présentent des inconvénients.

En effet, pour répondre à la nécessité de créer un cisaillement élevé au sein du liquide, les agitateurs à rotor et stator sont des dispositifs mécaniques complexes en raison de la faible dimension de l'entrefer qui implique de sévères contraintes sur les tolérances d'usinage et d'alignement, de la géométrie des petites perforations du stator et de la vitesse élevée du rotor. Par ailleurs, la dissipation importante d'énergie dans un petit volume conduit à un échauffement pouvant avoir une influence sur les fluides à mélanger, voire entraîner des problèmes de sécurité.

Le mélangeur statique nécessite la mise en circulation du liquide à mélanger. Ainsi, le plus souvent, il faudra recourir à une pompe. Ces dispositifs sont par

ailleurs peu adaptés pour la préparation de dispersions ou d'émulsions de liquides non miscibles.

Le brevet anglais n° 237 325 décrit un dispositif pour le mélange, l'émulsification ou l'atomisation de liquides immiscibles ou de mélanges gaz-liquide. Ce dispositif est constitué de deux disques coaxiaux montés sur un axe, séparés par un espace annulaire occupé par un garnissage perméable aux fluides. Le fluide à traiter est amené par une tubulure au centre de l'assemblage constitué par les disques et le garnissage. Quand le dispositif est mis en rotation, la force centrifuge expulse le fluide à travers le garnissage, qui joue le même rôle qu'un mélangeur statique en divisant le flux de liquide et en lui imposant des forces de cisaillement, ce qui conduit à un mélange de plus en plus intime quand le fluide progresse du centre de l'assemblage vers sa périphérie.

Le brevet américain n° 2 814 527 décrit un atomiseur centrifuge dont le principe de base du fonctionnement est semblable à celui du dispositif décrit dans le brevet anglais précité, le liquide étant atomisé en circulant sous l'effet de la force centrifuge au travers d'un ensemble de chicanes disposées selon une géométrie particulière sur le pourtour de l'atomiseur.

Les appareils décrits dans ces brevets anglais et américain sont bien adaptés à l'atomisation de liquides ou au mélange de liquides dans des procédés de type continu, mais ils ne conviennent pas pour réaliser le mélange ou l'émulsification de deux liquides immiscibles dans un procédé de type batch (discontinu) où le mobile d'agitation est immergé dans les liquides à mélanger pendant toute l'opération.

Le brevet américain n° 6 280 078 décrit un appareil de mélange et d'aération de liquide composé d'un empilement concentrique d'anneaux de même diamètre extérieur et de diamètre intérieur décroissant fixés sur un axe commun et séparés les uns des autres par des cales délimitant entre les anneaux des espaces libres permettant le passage du liquide. Le dispositif est plongé dans le liquide à mélanger ou à aérer. Quand il est mis en rotation, la force centrifuge provoque l'aspiration du liquide, et, le cas échéant, de l'air au-dessus de la surface libre du liquide, et leur expulsion au travers des espaces libres qui séparent les anneaux.

L'appareil décrit dans ce brevet américain n° 6 280 078, qui est surtout adapté à l'aération des liquides, ne comprend aucun dispositif particulier destiné à provoquer un mélange intime des liquides à mélanger, dans le cas du mélange de deux liquides immiscibles.

La présente invention a pour but de proposer un dispositif et un procédé d'agitation, en particulier pour la dispersion et l'émulsification de liquides non miscibles, qui ne présente pas les inconvénients de l'art antérieur.

L'invention a donc comme objet un dispositif rotatif d'agitation comprenant un élément de mélange fonctionnant selon le principe du mélangeur statique, fixé radialement sur un axe creux, cet élément de mélange comportant une cavité occupée par un garnissage et communiquant avec l'espace intérieur de l'axe creux et le milieu
5 fluide à agiter.

Selon une réalisation particulière de l'invention, l'élément de mélange comprend :

- deux disques percés en leur centre ;
- un dispositif de fixation rendant les deux disques solidaires l'un de l'autre
10 en délimitant un espace entre eux ; et
- un garnissage disposé dans l'espace ainsi délimité,

l'axe creux étant formé d'une partie supérieure solidaire d'un des disques et d'une partie inférieure solidaire de l'autre disque.

En particulier, une ou plusieurs ouvertures ménagées dans la partie supérieure
15 et inférieure de l'axe creux permettent aux fluides à mélanger de circuler dans l'axe et dans le garnissage.

Selon un mode de réalisation, la fixation entre le premier et le deuxième disque est réalisée par une ou plusieurs entretoises.

De préférence, l'ouverture dans la partie inférieure de l'axe creux est constituée
20 par son extrémité.

Avantageusement, l'ouverture dans la partie supérieure de l'axe creux est constituée d'une ouverture ménagée au flanc de l'axe creux.

Selon un autre mode de réalisation, une ou plusieurs tubulures sont fixées radialement sur l'axe creux. Elles communiquent avec l'espace intérieur de l'axe et
25 sont remplies de garnissage analogue aux types de garnissages utilisés dans les mélangeurs statiques de l'art antérieur.

Le garnissage est avantageusement constitué d'un ensemble d'éléments solides en matériau adapté, c'est-à-dire notamment en matériau inerte vis-à-vis des fluides à mélanger. Les éléments solides peuvent être par exemple en matériau métallique,
30 plastique, céramique ou en verre. Ils peuvent être disposés selon un arrangement régulier ou non à l'intérieur de la cavité constituant l'espace libre de l'élément de mélange. Le garnissage sera avantageusement fixe dans la cavité de manière à prévenir son déplacement ou sa perte sous le mouvement des fluides à mélanger.

Le garnissage peut être en particulier composé d'une ou plusieurs couches de
35 grillage. Ce grillage est avantageusement métallique.

Il peut par exemple comprendre deux "couches" séparées par un espace formant une zone de mélange , éventuellement muni d'une plaque perforée

éventuellement ondulée à sa périphérie ou d'un grillage ayant une ouverture de maille plus grande.

Un autre objet de l'invention est un procédé de préparation d'une dispersion ou émulsion de liquides non miscibles au moyen d'un dispositif d'agitation rotatif comprenant un élément de mélange fonctionnant selon le principe du mélangeur statique, fixé radialement sur un axe creux, cet élément de mélange comportant une cavité occupée par un garnissage, ladite cavité communiquant d'une part avec l'espace intérieur de l'axe creux, d'autre part avec le milieu fluide à agiter, dans lequel l'agitateur est mis en rotation, les liquides à mélanger sont aspirés au travers des axes creux sous l'effet de la force centrifuge, se mélangent intimement en traversant le garnissage avant d'être expulsés à la périphérie du garnissage.

Un autre objet de l'invention est l'utilisation du dispositif selon l'invention pour la préparation de dispersions et/ou d'émulsions de liquides non miscibles.

Le dispositif selon l'invention est expliqué plus en détail en référence à la figure unique en annexe qui montre un mode de réalisation d'un agitateur selon l'invention.

Le dispositif selon le mode de réalisation illustré à la figure unique comprend les éléments suivants :

- une première partie supérieure comprenant un premier disque 5 fixé par tout moyen mécanique connu (par exemple soudage, vissage) à l'extrémité inférieure d'un axe creux 1. L'axe creux 1 est percé près de son extrémité supérieure d'un orifice latéral 6 permettant la circulation du liquide dans lequel est plongé le dispositif ;
- une partie inférieure semblable à la partie supérieure, comprenant un deuxième disque 5' fixé par tout moyen mécanique à l'extrémité supérieure d'un axe creux 2. L'extrémité inférieure de l'axe creux 2 est ouverte et laisse libre passage au liquide dans lequel est plongé le dispositif.

Les deux disques 5, 5' sont rendus solidaires l'un de l'autre, tout en ménageant un espace entre eux par tout moyen convenable. De préférence, ce moyen est constitué de plusieurs entretoises situées sur la périphérie des disques et régulièrement réparties, par exemple à 120° l'une de l'autre, et ménageant entre les disques un espace cylindrique. Le nombre d'entretoises reliant les deux disques sera de préférence proportionnel à la taille du dispositif. En cas d'utilisation d'une seule entretoise, on veillera à l'équilibre pour assurer une bonne rotation de l'ensemble. L'espace ménagé entre les disques 5, 5' est rempli par un garnissage formant des chicanes. Un tel garnissage est de préférence composé d'un empilement de plusieurs couches de grilles métalliques découpées en forme de disque de même diamètre que les disques 5, 5'.

A l'extrémité supérieure libre de l'axe creux 1 de la partie supérieure du dispositif est fixée par tout moyen mécanique convenable (par exemple soudage, vissage) un axe plein permettant d'accoupler le dispositif, soit directement, soit par l'intermédiaire d'un réducteur de vitesse, à un moteur susceptible de lui imprimer un mouvement de rotation.

De préférence, l'axe creux 1 et le disque 5 d'une part, l'axe creux 2 et le disque 5' d'autre part forment chacun un ensemble, l'axe et le disque étant rendus solidaires l'un de l'autre par tout moyen convenable (soudure, vissage etc.).

Toutefois, les disques 5, 5' peuvent en principe être remplacées par d'autres éléments considérés comme équivalents dès lors qu'ils définissent un espace de mélange comprenant les garnissages, relié aux deux axes creux et permettant une extraction radiale du mélange résultant. Ces éléments sont tels qu'ils autorisent une bonne rotation de l'ensemble. On peut citer à titre d'exemple l'utilisation de plusieurs pales creuses ou de plusieurs tubulures, communiquant avec l'axe et munies chacune individuellement d'éléments d'un garnissage semblable à ceux utilisés dans les mélangeurs statiques.

On pourrait par ailleurs prévoir des pales (par ex. du type de celles d'un mélangeur Rushton) sur le(s) disque(s) (5,5') afin d'obtenir, au début, un mélange grossier qui est ensuite affiné par l'agitateur selon l'invention.

Le fonctionnement de l'agitateur selon l'invention est le suivant :

Les liquides à mélanger sont introduits dans une cuve adaptée dans laquelle est disposé l'agitateur. De préférence, l'interface entre les deux liquides se situe au niveau du garnissage, c'est-à-dire que chaque axe est immergé dans un liquide distinct. Lorsque l'agitateur est mis en rotation, les liquides sont aspirés au travers des axes creux sous l'effet de la force centrifuge et se mélangent intimement en traversant le garnissage formant chicanes avant d'être expulsé à sa périphérie.

De cette façon, la rotation de l'agitateur permet au garnissage de jouer le rôle d'un mélangeur statique, renforçant ainsi l'effet de mélange obtenu.

En effet, le dispositif selon l'invention permet la préparation d'une émulsion de deux liquides à vitesse bien plus faible que les agitateurs rotor stator connus.

Ainsi, un dispositif d'agitation selon le mode de réalisation indiqué à la figure a été utilisé pour disperser un mélange d'eau et d'huile moteur multigrade standard. Une émulsion stable a été obtenue en moins de 5 minutes avec une vitesse de rotation de 60 t/min seulement pour un diamètre des disques de 11 cm.

Le procédé selon l'invention consiste à utiliser le dispositif selon l'invention pour réaliser une dispersion ou émulsion de liquides non miscibles.

Ce procédé peut être continu ou discontinu.

Le procédé et le dispositif selon l'invention permettent donc de réaliser un mélange de manière simple, souple, rapide et peu onéreuse, efficace à faible vitesse de rotation, et particulièrement adaptée pour la dispersion ou l'émulsification de liquides non miscibles.

- 5 Ainsi, l'invention permet de mélanger des constituants liquides peu compatibles avant réaction ou polymérisation. Etant donné qu'il ne se produit pas de vortex, l'invention permet de travailler avec des quantités de tensio-actifs réduites et d'éviter la formation de mousse.

- 10 Comme utilisations particulièrement intéressantes du dispositif et du procédé selon l'invention, on peut citer la préparation de dispersions de liquides incompatibles destinées à des réactions (polymérisation...), de dispersions de latex avec des charges (ces dispersions pouvant alors être réalisées sans utiliser d'anti-mousse), ou d'émulsions destinées à des polymérisations en émulsion.

- 15 L'agitateur selon l'invention favorise les transferts liquide/liquide par augmentation de la surface spécifique, favorise la dispersion rapide de liquides ou de solides dans un liquide sans cisaillement donc sans échauffement.

Exemples

- 20 Les exemples suivants illustrent la présente invention sans toutefois en limiter la portée.

Exemple 1

Dans cet exemple, on a comparé entre eux une turbine Rushton, un mélangeur à rotor et stator de la société précitée IKA et un dispositif selon l'invention.

- 25 La cuve d'essai transparente avait un diamètre de 28 cm, était équipée de quatre contrepales sur sa périphérie disposées de façon symétrique et contenait environ 20 litres de liquides.

- 30 La turbine Rushton (diamètre 10cm) et le dispositif selon l'invention (diamètre 11cm) ont été introduits (dans trois essais parallèles) dans la cuve d'essai contenant 50% d'huile et 50% d'eau (% volumiques) et entraînés en rotation au moyen d'un moteur d'agitation à vitesse variable.

L'évolution de la viscosité du contenu de la cuve est suivie au moyen d'un viscosimètre Brookfields (module 2, vitesse 20).

- 35 Avec la Turbine Rushton (6 pales) tournant à 300 tr/min et 500 tr/min, l'interface entre l'huile et l'eau disparaît instantanément mais la solution est instable et l'échantillon prélevé décante partiellement avant que la mesure de viscosité soit faite. La viscosité n'est pas mesurable au Brookfields avec le module 2 (vitesse 20). Il y a formation d'un vortex.

Avec le mélangeur IKA, de type rotor-stator et pompe (vitesse de rotation du rotor 3000tr/min, débit 1 l/s) placé en boucle de dérivation sur un réacteur contenant 30 litres de mélange « eau-huile », on essaie d'émulsionner directement le mélange « eau-huile », mais l'émulsion ne se stabilise pas et il n'est pas possible d'obtenir
5 directement un produit homogène et un prélèvement représentatif de l'ensemble de la solution. Le système rotor-stator n'a pas le pouvoir de mélanger les liquides et ne parvient pas à faire un produit homogène au bout de 6 passages. Un prémélange (avec le dispositif selon l'invention) est nécessaire pour que le mélangeur IKA fournisse une émulsion (d'une qualité sensiblement identique à celle obtenue avec le
10 dispositif selon l'invention).

Avec le dispositif selon l'invention, on constate que l'interface entre l'huile et l'eau disparaît très rapidement, la viscosité évolue rapidement et se stabilise à 560 cps à 300 tr/min et à 620 cps à 500 tr/min. La solution est d'une couleur blanc-laiteux et il est encore possible de distinguer à l'œil nu quelques gouttes d'huile dont la taille
15 est de l'ordre de 0,5 mm et qui n'ont pas été dispersées. Il ne se produit pas de vortex et la surface du milieu agité reste plane.

Le dispositif selon l'invention permet un pompage et assure rapidement une grande homogénéité de la solution traitée et cela sans provoquer de vortex. Contrairement au mélangeur IKA, le dispositif selon l'invention n'a pas besoin d'une
20 boucle. Il est donc beaucoup plus souple que le mélangeur IKA.

Exemple 2

Dans cet exemple, on a comparé le temps nécessaire à la décantation des mélanges émulsionnés à l'exemple 1 avec un dispositif selon l'invention, c'est-à-dire
25 le temps nécessaire pour que les deux phases retrouvent leur état initial.

Ce temps dépend de la vitesse d'agitation:

- 2 h 30 pour 300 tr/min
- 5 h pour 500 tr/min

Avec la turbine Rushton, après agitation à 300 tr/min, le retour à l'état initial ne
30 nécessite que 30 minutes, ce qui signifie que l'émulsion était relativement instable.

REVENDICATIONS

1.- Dispositif d'agitation rotatif comprenant un élément de mélange fonctionnant selon le principe du mélangeur statique, fixé radialement sur un axe creux (1,2),
cet élément de mélange comportant une cavité occupée par un garnissage, la dite
cavité communiquant d'une part avec l'espace intérieur de l'axe creux, d'autre part
avec le milieu fluide à agiter.

2.- Dispositif selon la revendication 1, dans lequel l'élément de mélange
comprend :

- deux disques (5,5') percés en leur centre ;
 - un dispositif de fixation (3) rendant les deux disques (5,5') solidaires l'un de l'autre en délimitant un espace entre eux ; et
 - un garnissage (4) disposé dans l'espace ainsi délimité,
- l'axe creux étant formé d'une partie supérieure (1) solidaire du disque (5) et d'une partie inférieure (2) solidaire du disque (5').

3.- Dispositif selon la revendication 2, dans lequel l'axe creux (1,2) comporte une ouverture (6) dans sa partie supérieure et une ouverture (7) dans sa partie inférieure .

4.- Dispositif selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la fixation entre le premier et le deuxième disque (5,5') est réalisée par une ou plusieurs entretoises.

5.- Dispositif selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'ouverture (7) dans l'axe creux (2) est constituée par son extrémité.

6.- Dispositif selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'ouverture (6) dans l'axe creux (1) est ménagée au flanc de l'axe.

7.- Dispositif selon l'une des revendications précédentes, dans lequel sont fixées radialement sur l'axe creux (1,2) une ou plusieurs tubulure(s) communiquant avec l'espace intérieur de l'axe et remplies de garnissage.

8.- Dispositif selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le garnissage (4) est composé d'un ensemble d'éléments solides en matériau métallique, plastique, céramique, verre, disposés selon un arrangement régulier ou non.

9.- Dispositif selon la revendication 8, dans lequel le garnissage (4) est composé d'une ou plusieurs couches de grillage.

10.- Dispositif selon la revendication 9, dans lequel le grillage est métallique.

5

11.- Utilisation du dispositif selon l'une des revendications précédentes pour la préparation de dispersions et/ou d'émulsions de liquides non miscibles.

12. Procédé de préparation d'une dispersion ou émulsion de liquides non
10 miscibles au moyen d'un dispositif d'agitation rotatif comprenant un élément de mélange fonctionnant selon le principe du mélangeur statique, fixé radialement sur un axe creux (1,2), cet élément de mélange comportant une cavité occupée par un garnissage (4), ladite cavité communiquant d'une part avec l'espace intérieur de l'axe creux, d'autre part avec le milieu fluide à agiter, dans lequel l'agitateur est mis en
15 rotation, les liquides à mélanger sont aspirés au travers des axes creux sous l'effet de la force centrifuge, se mélangent intimement en traversant le garnissage avant d'être expulsés à la périphérie du garnissage (4).

13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel l'un des liquides entre par la
20 partie supérieure (1) et l'autre par la partie inférieure (2) de l'axe creux.

14. Procédé selon la revendication 12 ou la revendication 13, dans lequel le dispositif d'agitation rotatif est le dispositif selon l'une des revendications 2 à 10.

25 15. Procédé selon l'une des revendications 12 à 14, dans lequel l'interface entre les deux liquides se situe au niveau du garnissage (4).

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/FR 00073

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01F7/16 B01F15/00 B01F7/32 B01F3/08

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	GB 237 325 A (J.E.NYROP) 30 July 1925 (1925-07-30) cited in the application claims; figure ---	1,8-11
A	US 2 814 527 A (D.D.PEEBLES ET AL) 26 November 1957 (1957-11-26) cited in the application claims; figures ---	1
A	US 6 280 078 B1 (M.A.LEWIS) 28 August 2001 (2001-08-28) cited in the application claims ---	1
A	DE 37 04 538 A (GRIESER MASCHINENBAU) 25 August 1988 (1988-08-25) claims; figures 3-6 ---	1
-/--		



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 June 2003

Date of mailing of the international search report

20/06/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Cordero Alvarez, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 00073

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6 241 220 B1 (J.B.BLACKWELL ET AL) 5 June 2001 (2001-06-05) claims 1,15; figures 2-5 -----	1,12

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Publication No

PCT/FR 98/00073

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 237325	A	30-07-1925	NONE	
US 2814527	A	26-11-1957	NONE	
US 6280078	B1	28-08-2001	AU 726926 B2 AU 8721498 A WO 9908780 A1 CA 2300909 A1 CN 1089267 B CN 1267231 T EP 1015102 A1 JP 2001514957 T NZ 503016 A	23-11-2000 08-03-1999 25-02-1999 25-02-1999 21-08-2002 20-09-2000 05-07-2000 18-09-2001 23-06-2000
DE 3704538	A	25-08-1988	DE 3704538 A1	25-08-1988
US 6241220	B1	05-06-2001	AU 5566498 A DE 69812888 D1 EP 0952910 A1 WO 9830376 A1 AU 1977599 A DE 69906478 D1 EP 1045753 A1 WO 9934965 A1 US 6326413 B1	03-08-1998 08-05-2003 03-11-1999 16-07-1998 26-07-1999 08-05-2003 25-10-2000 15-07-1999 04-12-2001

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No
PCT/FR 000073

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
CIB 7 B01F7/16 B01F15/00 B01F7/32 B01F3/08

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)
CIB 7 B01F

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)
WPI Data, PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	GB 237 325 A (J.E.NYROP) 30 juillet 1925 (1925-07-30) cité dans la demande revendications; figure ---	1,8-11
A	US 2 814 527 A (D.D.PEEBLES ET AL) 26 novembre 1957 (1957-11-26) cité dans la demande revendications; figures ---	1
A	US 6 280 078 B1 (M.A.LEWIS) 28 août 2001 (2001-08-28) cité dans la demande revendications ---	1
A	DE 37 04 538 A (GRIESER MASCHINENBAU) 25 août 1988 (1988-08-25) revendications; figures 3-6 ---	1
-/--		

☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée

11 juin 2003

Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale

20/06/2003

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Cordero Alvarez, M

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale No

PCT/FR 00073

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	<p>US 6 241 220 B1 (J.B.BLACKWELL ET AL) 5 juin 2001 (2001-06-05) revendications 1,15; figures 2-5 -----</p>	1,12

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux familles de brevets

Demande internationale No

PCT/FR 00073

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 237325	A	30-07-1925	AUCUN	
US 2814527	A	26-11-1957	AUCUN	
US 6280078	B1	28-08-2001	AU 726926 B2 AU 8721498 A WO 9908780 A1 CA 2300909 A1 CN 1089267 B CN 1267231 T EP 1015102 A1 JP 2001514957 T NZ 503016 A	23-11-2000 08-03-1999 25-02-1999 25-02-1999 21-08-2002 20-09-2000 05-07-2000 18-09-2001 23-06-2000
DE 3704538	A	25-08-1988	DE 3704538 A1	25-08-1988
US 6241220	B1	05-06-2001	AU 5566498 A DE 69812888 D1 EP 0952910 A1 WO 9830376 A1 AU 1977599 A DE 69906478 D1 EP 1045753 A1 WO 9934965 A1 US 6326413 B1	03-08-1998 08-05-2003 03-11-1999 16-07-1998 26-07-1999 08-05-2003 25-10-2000 15-07-1999 04-12-2001